PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

07-149545

(43)Date of publication of application: 13.06.1995

(51)Int.Cl.

C03C 17/34

(21)Application number: 06-229824

(71)Applicant: SAINT GOBAIN VITRAGE

(22)Date of filing:

26.09.1994

(72)Inventor: GUISELIN OLIVIER

(30)Priority

Priority number: 93 9311339

Priority date: 23.09.1993

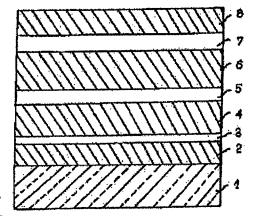
Priority country: FR

(54) TRANSPARENT SUBSTRATE HAVING STACK OF THIN FILMS ACTING ON SOLAR AND/OR INFRARED RADIATION

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain glass which is useful for glazing suitable for thermal insulation or sunshading and lessens the excessive temp. elevation and driving power for air conditioning suitable particularly for building rooms and vehicle compartments by combining and laminating a transparent substrate, dielectric films and films having IR reflection properties in a specific form.

GONSTITUTION: This transparent substrate consists of, successively from the substrate, the transparent substrate 1, particularly glass, on which the stack including the thin films to be described afterward are applied, a first film 2 of a dielectric substance; a film having IR reflection properties, particularly a metallic film 3; a second film 4 of a dielectric substance; a second film having the IR reflection properties, particularly a metallic film 5; a third film 6 of a dielectric substance; a third film having the IR reflection properties, particularly a metallic film 7; a fourth film 8 of a dielectric substance. Further, the thickness of the third film 7 having the IR reflection properties is thicker than that of the second film 5 having the IR reflection properties is thicker than that of the second 3 having the IR reflection properties.



(19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-149545

(43)公開日 平成7年(1995)6月13日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

FΙ

技術表示箇所

C 0 3 C 17/34

庁内整理番号

審査請求 未請求 請求項の数18 OL (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平6-229824

(22)出顧日 平成6年(1994)9月26日

(31)優先権主張番号 9311339 1993年9月23日 (32)優先日

(33)優先権主張国 フランス (FR) (71)出願人 590001119

サンーゴバン ピトラージュ

フランス国,92400 クールプボワ,アベ

ニュ ダルザス, 18, レ ミロワール

(72)発明者 オリピエ ギスリン

フランス国, エフー75017 パリ, アプニ

ュ ドゥ ピリエール, 3

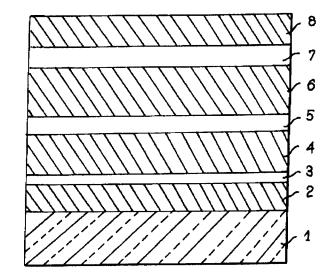
(74)代理人 弁理士 石田 敬 (外3名)

日光及び/又は赤外線に作用する薄い皮膜の積層を備えた透明な基材 (54) 【発明の名称】

(57)【要約】

【目的】 ビルディングの窓ガラス等に好適な、光透過 率が高く、透過エネルギーが低く、美観に優れる積層コ ーティングした透明なガラスを提供する。

【構成】 誘電体の第1皮膜、赤外に反射特性を有する 第1皮膜、誘電体の第2皮膜、赤外に反射特性を有する 第2皮膜、誘電体の第3皮膜、赤外に反射特性を有する 第3皮膜、誘電体の第4皮膜を、基材から順次に積層す る。基材はガラスであって、赤外に反射特性を有する第 3皮膜の厚さは赤外に反射特性を有する第2皮膜の厚さ よりも厚く、赤外に反射特性を有する第2皮膜の厚さは 赤外に反射特性を有する第2皮膜の厚さよりも厚い。好 ましくは、赤外に反射特性を有する皮膜は金属、特に銀 をベースにした金属であり、誘電体皮膜は酸化錫、酸化 タンタル、酸化亜鉛のような金属酸化物又は酸化物、又 は硫化亜鉛のような金属硫化物である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 基材から順次に次の薄い皮膜を含む積層を施した透明な基材(1)、特にガラスであって、

- ·誘電体の第1皮膜(2)
- ・赤外に反射特性を有する第1皮膜、特に金属皮膜(3)
- ・誘電体の第2皮膜(4)
- ・赤外に反射特性を有する第2皮膜、特に金属皮膜(5)
- ・誘電体の第3皮膜(6)
- ・赤外に反射特性を有する第3皮膜、特に金属皮膜(7)
- · 誘電体の第4皮膜(8)

赤外に反射特性を有する第3皮膜(7)の厚さが赤外に反射特性を有する第2皮膜(5)の厚さよりも厚く、赤外に反射特性を有する第2皮膜(5)の厚さが赤外に反射特性を有する第2皮膜(3)の厚さよりも厚い透明な基材。

【請求項2】 赤外に反射特性を有する第3皮膜(7) の 厚さと赤外に反射特性を有する第2皮膜(5) の厚さの 比、及び赤外に反射特性を有する第2皮膜(5) の厚さと 赤外に反射特性を有する第1皮膜(3) の厚さの比が1.40~1.05、好ましくは1.30~1.10である 請求項1に記載の基材。

【請求項3】 赤外に反射特性を有する第3皮膜(7) の 厚さと赤外に反射特性を有する第2皮膜(5) の厚さの 比、及び赤外に反射特性を有する第2皮膜(5) の厚さと 赤外に反射特性を有する第1皮膜(3) の厚さの比が実質 的に同じであり、特に約1.13~1.15である請求 項1又は2に記載の基材。

【請求項4】 赤外に反射特性を有する第1皮膜(3) の 厚さが約8~12ナノメートル、特に9.5ナノメートルである請求項1~3のいずれか1項に記載の基材。

【請求項5】 赤外に反射特性を有する第2皮膜(5) の 厚さが約10~13ナノメートル、特に11ナノメート ルである請求項1~4のいずれか1項に記載の基材。

【請求項6】 赤外に反射特性を有する第3皮膜(7) の 厚さが約 $11\sim1$ 5ナノメートル、特に12.5ナノメートルである請求項 $1\sim5$ のいずれか1項に記載の基材。

【請求項7】 誘電体の第4皮膜(8) の厚さと誘電体の第1皮膜(2) の厚さの比が1~1.2である請求項1~6のいずれか1項に記載の基材。

【請求項8】 誘電体の第3皮膜(6) の厚さと誘電体の 第2皮膜(4) の厚さの比が0.9~1.1である請求項 1~7のいずれか1項に記載の基材。

【請求項9】 誘電体の第2皮膜(4) と第3皮膜(6) の それぞれの厚さが、誘電体の第1皮膜(2) と第4皮膜(8) の厚さの合計Sと同じ以上であり、特には $S \times 1$. $1 \sim S \times 1$. 2である請求項 $1 \sim 8$ のいずれか1項に記載の基材。

【請求項10】 誘電体の第1皮膜(2) の厚さが27~34ナノメートル、誘電体の第2皮膜(4) と第3皮膜(6) の厚さが70~80ナノメートル、誘電体の第4皮

膜(8) の厚さが32~37ナノメートルである請求項1 ~9のいずれか1項に記載の基材。

【請求項11】 赤外に反射特性を有する皮膜(3,5,7)が金属、特に銀をベースにした金属である請求項 $1\sim1$ 0のいずれか1項に記載の基材。

【請求項12】 誘電体皮膜(2,4,6,8) が酸化錫、酸化 タンタル、酸化亜鉛のような金属酸化物又は酸化物、又は硫化亜鉛のような金属硫化物である請求項 $1\sim110$ いずれか1項に記載の基材。

【請求項13】 赤外に反射特性を有する皮膜(3,5,7) のそれぞれを薄い部分的に酸化された金属バリヤ皮膜、特にニッケルクロム合金、タンタル、又はチタンを基礎にした皮膜でコーティングした請求項 $1\sim1~2$ のいずれか1項に記載の基材。

【請求項14】 赤外に反射特性を有する皮膜(3,5,7) のそれぞれを薄い金属の結合皮膜、特にニッケルクロム合金、タンタル、又はチタンを基礎にした皮膜の上に配置する請求項1~13のいずれか1項に記載の基材。

【請求項15】 請求項1~14のいずれか1項に記載の基材を組み込んだ二重板ガラスの窓ガラスのような多重窓ガラス。

【請求項16】 少なくとも1.8、特には約2の選択 度を有する請求項第15項に記載の窓ガラス。

【請求項17】 58~68%の光透過率T_L と28~36%の日射係数SFを有する請求項15又は16に記載の窓ガラス。

【請求項18】 内側と外側の光反射において、青から 青緑のくすんだ色、特に6%以下の純度、470~50 0ナノメートルの支配的な波長を有し、観察する角度に よらず目に見える外観がほぼ一定である請求項15~1 7のいずれか1項に記載の窓ガラス。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、日光及び/又は赤外線に作用することができる少なくとも1種の薄い皮膜、特に金属皮膜を含む薄い皮膜の積層でコーティングした透明な基材、特にガラスに関係する。また、本発明は窓ガラス、より具体的には断熱及び/又は日除けに適する窓ガラスを製造するためのコーティングした基材の用途に関係する。これらの窓ガラスは、特に、ビルディングの部屋や車両の区画に使用される、大きくなってきているガラス面積から生じる過度の温度上昇及び/又は空調動力を低減する目的でビルディング、船舶、車両にはめ込むことを意図する。

[0002]

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】基材に 上記のような特性を与える薄い皮膜の積層の公知のタイプの1つは、1種以上の金属皮膜、例えば銀の皮膜、及びこれと互い違いに配置する誘電体材料、例えば金属酸化物皮膜から構成する。この積層は、一般に、磁場を利 用した陰極スパーター方式の減圧を使用する方法によって行う一連の堆積によって形成する。

【0003】積層中の金属皮膜の数の増加は日射係数を 最適化することを可能し、窓ガラスの日射係数を低下す ることができる。(ここで、窓ガラスの日射係数SF は、窓ガラスを通って部屋に入る全エネルギーと入射太 陽エネルギーの比である。)しかし、このことは同時に 窓ガラスの透明度の低下につながり、これはその窓ガラ スの光透過率T_Lの値の低下から明らかに分かる。

【0004】したがって、積層の工業的実施可能性を前提にしながら、日除け性能と透明度に妥協を見いだす必要がある。米国特許第5071206号は、特に、3層の銀ベースの皮膜、それと互い違いの4層の酸化インジウムのような金属酸化物の皮膜からなり、3層の銀皮膜はほぼ同じ厚さであるが中央の皮膜が他の2層よりやや厚い積層を堆積した基材を提案している。ここで、このような基材がラミネートした窓ガラスに組み込まれていない限り、積層でコーティングされた基材の面はポリビニルブチラール(PVB)タイプの熱可塑性プラスチック皮膜に接触しており、その基材の反射の外観は見た目に悪く、反射が赤みがかって見え、美的に全く評判が悪く、さらに色がかなり強い。

【0005】したがって、本発明の目的は、赤外において反射特性を有する特に金属皮膜の少なくとも3層を含む積層でコーティングした基材であって、高い選択度、即ちT_L /SFが所与のT_L においてできるだけ高く、一方で、基材を一体の窓ガラス、二重窓ガラスタイプの多重断熱窓ガラス、又はラミネート窓ガラスに組み込んだ場合であっても特に外側反射において見た目に良い外観を依然として保証しする基材を開発することによってこの欠点を抑えることである。

[0006]

【課題を解決するための手段及び作用効果】本発明は透明な基材、特に、本質的に次の構成成分を順次に含む薄い皮膜の積層を施したガラスを課題とする。即ち、基材から出発し、誘電体の第1皮膜、赤外に反射特性を有する特に金属の第2皮膜、赤外に反射特性を有する特に金属の第2皮膜、誘電体の第3皮膜、赤外に反射特性を有する特に金属の第3皮膜、その上に誘電体の第4皮膜が存在する。本発明にしたがうと、赤外に特性を有する3種の皮膜の厚さは、第3皮膜の厚さは第2皮膜の厚さより厚く、第2皮膜は第1皮膜より厚いように選択する。

【0007】赤外に反射特性を有する3つの皮膜、特に金属皮膜のこの厚さの不整は、好ましくは、第3皮膜と第2皮膜の比、及び第2皮膜と第1皮膜の比が1.40~1.05、より好ましくは1.30~1.10であるように調節する。赤外に反射特性を有する皮膜が厚くなり、基材から遠くなると、非常に高い選択度、即ち、少なくとも1.8又はさらには2以上の T_L /SFを有す

る窓ガラスを得ることを可能にする。皮膜の厚さを調整することにより、窓ガラスの透明度を制御し、ビルディング用の窓ガラスに適する $58\sim68\%$ の T_L を得ることが可能である。

【0008】ここで、本発明の主な利点は、日除けに関するこれらの良好な性質が、基材の見た目を損なわずに達成されることである。具体的には、一体の窓ガラスとして使用する場合又は二重板ガラスタイプの多重窓ガラスに組み込む場合のいずれでも、本発明による皮膜の積層でコーティングした基材は心地よくソフトな外側反射の、青又は青緑の色彩(主な波長は $470\sim500$ ナノメートル)を有する。また、この色彩はくすんだ白味がかった(washed with white) 鮮明でない外観であり、特に6%未満の反射の純度と、10%未満の外側反射R_Lによって確認される。

【0009】1つの特徴として、この外観は窓ガラスを観察する方角によらず、実質的に変化せずに保たれることである。このことは、このような窓ガラスを全体に取り付けたビルディングを見る外からの観察者は、着色や外観に有意な不均一性を感じることがなく、このことは現状で美的な面から強く求められている。窓ガラスとして取り付けた基材は、内側反射においても青又は青緑の色彩のくすんだ鮮明でない色彩を有することに注目すべきである。このことは、この窓ガラスを取り付けた部屋で外が暗い場合、部屋の中の人間はこれらの窓ガラスを心地よい状態で着色しているように見るであろう。

【0010】本発明による基材の測色は、赤外に反射特性を有する3つの皮膜の厚さが次第に均一に増加すれば、即ち、第3皮膜と第2皮膜の厚さの比、第2皮膜と第1皮膜の厚さの比が実質的に同じであればさらに最適化される。好ましくは、これらの比は1.13~1.15の近くに選択する。本発明の好ましい態様において、第1皮膜の厚さは8~12ナノメートル、特には約9.5ナノメートルに、第2皮膜は10~13ナノメートル、特には約11ナノメートルに、第3皮膜は約11~15ナノメートル、特には12.5ナノメートルに選択する。

【0011】誘電体の4つの皮膜の厚さの選択もまた重要である。即ち、誘電体の第4皮膜の厚さは第1皮膜の厚さと同等かやや厚いことが好ましく、この比は $1\sim1.20$ である。同様に、誘電体の中間皮膜、即ち、第2と第3の皮膜は好ましくは両方が近いように選択し、特には $0.9\sim1.1$ の比である。また、これらの皮膜は第1と第4皮膜よりも厚いように選択する。

【0012】好適には、第2と第3皮膜の各々の厚さは、第1と第4皮膜の厚さの合計Sと同じ以上に選択し、特には $S \times 1$. $1 \sim S \times 1$. 2の範囲である。これらの条件を確かにするため、第1皮膜の厚さは $27 \sim 3$ 4ナノメートル、特には約27ナノメートル以上から32ナノメートルまでに選択することができる。第2と第

3皮膜の厚さは70~80ナノメートル、特には72、73、又は77ナノメートルに選択することができる。第4皮膜の厚さは32~37ナノメートルに選択することができ、特には34又は35ナノメートルであることができる。

【0013】材料の選択に関して、赤外に反射特性を有 する皮膜は金属で形成することが、より具体的には銀を ベースにすることが好ましい。誘電体皮膜については、 金属酸化物、例えばタンタル、亜鉛、錫の酸化物、又は これらの酸化物の2種以上の混合物で形成することがで き、これらの酸化物の各々は固有の特長を有する。即 ち、酸化錫又は酸化亜鉛は反応性陰極スパッターを使用 した場合に高速で堆積させることができ、このことは工 業的に大きな特長である。一方、酸化タンタルは、機械 的又は化学物質の攻撃に対する耐久性の向上を得ること を可能にする。誘電体の全ての皮膜について同じ酸化物 を選択する必要はない。即ち、最初の2つ又は3つの皮 膜は生産速度を高めるために酸化錫で形成し、最後の皮 膜は出来るだけ有効にこれらの攻撃を防ぐために酸化タ ンタルで形成することができる。さらに、4つの誘電体 皮膜が全て同一ということではない選択は、大なり小な り有益に積層の特定の光学的特性値、特にTL及び/又 は日射係数SF、及び恐らくその測色を調節することを 可能にする。

【0014】また、誘電体皮膜は別な性質のもの、特に硫化亜鉛ZnSのような硫化物をベースにして形成してもよく、これは減圧下の蒸着技術によって薄い皮膜に容易に堆積する。このように、積層の皮膜を蒸着又は陰極スパッターによって堆積させることができる。また、赤外に反射特性を有する各々の皮膜をコーティングすることが好ましいことに注意すべきであり、皮膜が金属の場合で、特に誘電体の皮膜を酸素存在下の陰極スパッターで堆積させる場合、非常に薄い銀以外のニッケルクロム合金、タンタル、チタンのような金属「バリヤ」皮膜でコーティングすることが好ましい。これらのバリヤ皮膜は、下にある皮膜、特に金属皮膜をそれ自身の酸素との接触による部分的な酸化から防止する。

【0015】また、赤外に反射特性を有する各々の皮膜の表面に、「結合」皮膜として知られる非常に薄い皮膜を、特に下にある誘電体皮膜に対する接着を向上するために堆積することができる。これらの結合皮膜は上記のバリヤ皮膜と同様な性質であり、即ち、金属であって銀以外であり、例えばニッケルクロムタイプの合金、タンタル、又はチタンをベースにする。

【0016】また、これらの「バリヤ」及び/又は「結表1

合」皮膜の存在は、皮膜の積層が全体として有効に後の 熱処理に耐えることを可能にすることに留意すべきであ り、この熱処理は支持基材をアニーリング、曲げ、又は 強化の処理に供することができる。次に、本発明の詳細 と有益な特徴を下記の非限定的な例と図1を利用して明 らかにする。

【0017】次の2つの例においては、磁場を利用した 陰極スパッターによって堆積を行ったが、堆積すべき皮 膜の厚さの制御が良好であるならば、他の任意の堆積技 術でもよいことを強調しておく。積層を堆積した基材は 厚さ4mmのシリカーソーダー石灰ガラスの基材であ る。次いでこれらは、厚さ10mmの気体の層を用い、 同じであるが裸基材と一緒に組み立て、二重板ガラスの 窓ガラスを形成する。

[0018]

【実施例】図1は本発明による積層を示すが、寸法は皮膜の厚さの等倍ではなく、明示のために図にしたものである。基材1、赤外に反射特性を有する3つの皮膜3、5、7(この場合は銀)、及び誘電体の4つの皮膜2、4、6、8(この場合は酸化錫又は酸化チタン)を見ることができる。各々の銀皮膜を覆うNi-Crの非常に薄いバリヤ皮膜は図示していない。

【0019】堆積装置は、適当な物質のターゲットを備えた陰極スパッター(その下を基材1が連続的に通過する)を有する少なくとも1つのスパッタリングチャンバーを含む。各々の皮膜の堆積条件を次に示す。・銀ベースの皮膜3、5、7は、アルゴン雰囲気の0.8Paの圧力下で銀ターゲットを用いて堆積させる。

【0020】・ SnO_2 をベースにした場合の皮膜2、4、6、8は錫ターゲットを用い、36体積%の酸素を含むアルゴン/酸素雰囲気の0.8Paの圧力下で反応スパッターによって堆積させる。

・ $Ta_2 O_5$ をベースにした場合の皮膜 2、4、6、8 はタンタルターゲットを用い、約10 体積%の酸素を含むアルゴン/酸素雰囲気の0.8 Paの圧力下で反応スパッターによって堆積させる。

【0021】・Ni-Crをベースにした3つのバリヤ 皮膜はニッケルークロム合金のターゲットを用い、アルゴン雰囲気中の同じ圧力下で堆積させる。電力密度と基材1の走行速度は、所望の厚さの皮膜をうるために通常の仕方で調節する。例1はこのような積層に関係し、誘電体皮膜は酸化錫であり、一方で例2は4つの誘電体皮膜が酸化タンタルである同じタイプの積層に関係する。

[0022]

	例1	例2
Ta ₂ O ₅ 又はSnO ₂ (2)	3 2	29

A g (3)	9.5	9.5
Ni-Cr	2	2
$Ta_2 O_5 X l d SnO_2$ (4)	77	73
A g (5)	1 1	1 1
Ni-Cr	2	2
$Ta_2 O_5 X l t SnO_2$ (6)	77	7 2
Ag (7)	12.5	12.5
Ni-Cr	2	2
$Ta_2 O_5 X l d S n O_2$ (8)	35	3 4

下記の表 2 は、2 つの例のそれぞれについて、光透過率(%単位)、標準DIN67507 (Annexe 2 3)にしたがって求めた日射係数 SF (%単位)、外側光反射率と内側光反射率 (%単位)とナノメートル単位のその支配的な波長である λ (外)と λ (内)、それに

関係する%単位の純度p(外)とp(内)(二重板ガラスに装着した基材で、光源D65について測定した値)を示す。

[0023]

表2

	例 1	例2
$T_\mathtt{L}$	5 9	6 2
SF	3 0	3 4
	8. 9	9.8
入 (外)	499	485
p (外)	1	6
一一一一一一一一 内側光反射率T _L	10.8	10.7
み(内)	501	475
p (内)	1	3

上記の表より次のことが言える。

【0024】本発明による窓ガラスは約2と高いT_L / SF比を有し、したがって、光透過率の適切な範囲においてビルディングの装備に特に適する日除けを提供する。また、外側と内側の反射の色合いは、美的な見地から良い青から緑の範囲にある。これらの色は、悪くても6%の純度と約10%又はそれ以下の反射率を有するため、非常にくすんでいる。

【0025】さらに、これらの窓ガラスは、観察される

角度が変化しても、反射において知覚できる変化に悩まされることがない。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による積層を示す。

【符号の説明】

1…基材

2…誘電体の第1皮膜

3…赤外に反射特性を有する第1皮膜

【図1】

